



Metode pengujian ion klorida dalam air



Daftar isi

Daftar isi..... i

1 Ruang Lingkup..... 1

2 Acuan..... 1

3 Pengertian 1

4 Kegunaan 1

5 Kemurnian Pereaksi 2

6 Pengambilan Contoh Uji 2

7 Metode Pengujian A - Titrasi Dengan Merkuri..... 2

8 Metode Pengujian B - Titrasi Dengan Perak Nitrat..... 7

9 Metode Pengujian C - Elektroda Selektif Ion 10

Lampiran A Daftar Istilah 16

Lampiran B Daftar Penyusun..... 17





Metode pengujian ion klorida dalam air

1 Ruang Lingkup

- 1.1 Metode pengujian ini mencakup penentuan ion klorida dalam air, air limbah (hanya Metode Pengujian C), dan air paut. Tiga metode pengujian berikut mencakup : Metode pengujian A (Titrasi dengan Merkuri) Metode pengujian B (Titrasi dengan Perak Nitrat) Metode pengujian C (Metode Elektroda Selektif Ion)
- 1.2 Metode pengujian A, B, dan C berlaku sesuai Tata Cara ASTM D 2777-77. Metode pengujian B juga sesuai dengan Tata Cara ASTM D 2777-86. Harap mengacu ke butir 14, 21, dan 29 untuk penjelasan selanjutnya.
- 1.3 Metode ini dapat meliputi peralatan, penanganan dan bahan-bahan yang berbahaya. Metode ini tidak dimaksudkan untuk menjelaskan semua pemasalahan keamanan yang berkaitan dengan penggunaannya. Masalah tersebut menjadi tanggung jawab pengguna standar ini untuk menetapkan tindakan keamanan dan kesehatan, menentukan kesesuaian batasan yang lazim sebelum menggunakan standar ini. Untuk pengamanan khusus, lihat pada 9.5.1 (natrium bromat).

2 Acuan

- ASTM D 512-89. Standard Test Methods for Chloride Ion In Water².
- ASTM D 1066. Practice for Sampling Steam².
- ASTM D 1129. Definitions of Terms Relating to Water².
- ASTM D 1193. Specification for Reagent Water².
- ASTM D 2777. Practice for Determination of Precision and Bias of Applicable. Methods of Committee D-19 on Water².
- ASTM D 3370. Practices for Sampling Water².
- ASTM D 4127. Glossary of Terms Used With Ion-Selective Electrodes².

3 Pengertian

Untuk istilah yang digunakan dalam metode pengujian ini, harap mengacu ke Definisi ASTM D 1129 dan Daftar Istilah ASTM D 4127.

4 Kegunaan

Ion klorida yang larut dalam air berada dalam batas ketentuan, sehingga harus diukur secara teliti. Ion ini sangat merusak pada sistem pemanasan uap bertekanan tinggi dan pada baja tahan karat, sehingga diperlukan pengawasan-

untuk mencegah terjadinya kerusakan. Analisis klorida secara Was digunakan sebagai alat ukur untuk memperkirakan siklus konsentrasi ion klorida, seperti dalam penggunaan menara pendingin. Pemrosesan air dan larutan pengawet yang digunakan dalam industri pengolahan makanan juga membutuhkan metode-metode analisis ion klorida yang andal.

5 Kemurnian Pereaksi

- 5.1 Pereaksi kimia dengan kemurnian yang baik harus digunakan untuk semua percobaan. Kecuali ditetapkan lain, pereaksi kimia tersebut harus sesuai spesifikasi dari lembaga yang berwenang di Indonesia. Pereaksi-pereaksi lain dapat digunakan, setelah benar-benar diyakini bahwa pereaksi tersebut cukup tinggi kemurniannya sehingga bila digunakan tidak mengurangi ketelitian yang ditentukan.
- 5.2 Kemurnian air - Kecuali ditentukan lain, semua rujukan untuk air harus dipahami untuk pereaksi air Tipe II sesuai spesifikasi ASTM D 1193.

6 Pengambilan Contoh Uji

Ambil contoh uji sesuai dengan Tata Cara ASTM D 1066 dan Tata Cara ASTM D 3370, pilih yang sesuai penggunaannya.

7 Metode Pengujian A - Titrasi Dengan Merkuri

- 7.1 Ruang Lingkup
- 7.1.1 Metode pengujian ini digunakan untuk menentukan ion klorida dalam air, bila tidak terdapat zat pengganggu (lihat butir 9).
- 7.1.2 Meskipun tidak ditentukan dalam laporan penelitian, ketelitian pernyataan dianggap harus diperoleh dengan menggunakan pereaksi air Tipe II. Analis bertanggung jawab untuk menjamin kebenaran metode pengujian ini untuk matrik lain yang tidak diuji.
- 7.1.3 Metode pengujian ini berlaku untuk konsentrasi ion klorida 8,0 sampai 250 mg/L.
- 7.2 Ringkasan Metode Pengujian

Cairan larutan merkuri nitrat ditambahkan ke dalam contoh asam yang telah dicampur dengan indikator biru dipenilkarbazonbromopenol. Titik akhir titrasi berupa

pembentukan warna indikator biru-violet dari senyawa kompleks merkuri dipenilkarbazon.

7.3 Kendala

Anion dan kation yang umum berada dalam air tidak memberikan hambatan. Ion seng, timah, nikel, besi dan krom mempengaruhi larutan dan warna akhir titrasi, tetapi tidak mengurangi ketelitian titrasi bila ion-ion tersebut berada dalam konsentrasi sampai 100 mg/L. Tembaga diijinkan hingga 50 mg/L. Titrasi dengan keberadaan ion krom memerlukan indikator dengan tambahan warna dasar (alphazurine) dan proses reduksi sebelumnya untuk konsentrasi lebih dari 100 mg/L. Ion besi lebih dari 10 mg/L harus direduksi sebelum dititrasi, dan ion sulfa, harus dioksidasi. Bromida dan fluorida akan dititrasi sebagian dengan klorida. Beberapa bagian garam amonium juga mengganggu jika dalam jumlah yang berarti (1 sampai 2 mg/L). Kepekatan warna juga mengganggu.

7.4 Peralatan

Mikroburet, 1 atau 5 mL, dengan ketelitian 0,01 mL.

7.5 Pereaksi dan Bahan

7.5.1 Hidrogen Peroksida (30% H_2O_2).

7.5.2 Larutan Hidrokuinon (10 g/L) - Larutkan 1 g hidrokuinon murni dalam air dan encerkan sampai 100 mL.

7.5.3 Larutan Standar Merkuri Nitrat (0,025 N) - Larutkan 4,2830 g merkuri nitrat ($\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dalam 50 mL air yang telah diasamkan dengan 0,5 mL asam nitrat pekat (HNO_3 , berat jenis 1,42). Encerkan larutan asam $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ dengan air sampai 1 L. Saring jika diperlukan, dan standarisasi dengan larutan standar natrium klorida (NaCl), gunakan prosedur yang diuraikan dalam butir 12 (lihat catatan 1).

Catatan 1 :

Kejelasan Titik Akhir - Titik akhir yang kurang jelas, dapat sedikit ditingkatkan untuk jenis-jenis air tertentu dengan penambahan beberapa tetes larutan 0,05 g/L, xylene cyanole FF atau bahan celupan alphazurine biru hijau (indek warna 714) untuk contoh titrasi.

7.5.4 Larutan Indikator Campuran - Larutkan 0,5 g kristal dipenilkarbazon dan 0,05 g serbuk biru bromopenol dalam 75 mL etil alkohol (95%), dan cairkan sampai 100 mL dengan alkohol (Catatan 2). Simpan dalam botol coklat dan jangan digunakan setelah berumur 6 bulan (Catatan 3).

Catatan 2 :

Jika etil alkohol murni tidak tersedia, dapat digunakan metanol, isopropanol, atau etanol yang diganti dengan metanol atau isopropanol (Formula 3A). Bahan pengganti formula etanol lain tidak sesuai.

Catatan 3 :

Cairan indikator umumnya rusak setelah penyimpanan 12 sampai 18 bulan dan tidak menghasilkan warna titik akhir. Temperatur tinggi di atas 37,8 ° C dan sinar cahaya dapat memperpendek umur penyimpanan. Campuran berbentuk serbuk kering dari dua bahan indikator adalah stabil untuk jangka lama. Campuran serbuk (bentuk kapsul) dan indikator cair tersedia di pasaran.

- 7.5.5 Asam Nitrat Pekat (3 + 997) - Campurkan 3 volume asam nitrat pekat (HNO_3 , berat jenis 1,42) dengan 997 volume air.
- 7.5.6 Kertas Indikator pH, tipe rentang panjang, meliputi rentang pH dari 1 sampai 11.
- 7.5.7 Larutan Standar Natrium Klorida (0,025 N) - Keringkan beberapa gram natrium klorida (NaCl) untuk 1 jam pada temperatur 600°C. Larutkan 1,4613 g garam kering dalam air, dan encerkan sampai volume 1 L pada temperatur 25° C dalam sebuah labu ukur.
- 7.5.8 Larutan Natrium Hidroksida (10 g/L) - Larutkan 10 g natrium hidroksida (NaOH) dalam air dan encerkan sampai volume 1 L.
- 7.6 Prosedur
- 7.6.1 Gunakan volume contoh uji yang mengandung tidak lebih dari 20 mg ion klorida, jika diperlukan encerkan contoh uji dengan air sampai kira-kira 50 mL. Tentukan blanko sebagai indikator pembandingan yang dibuat dari 50 mL air bebas klorida, kemudian lakukan prosedur yang sama untuk contoh uji.
- 7.6.2 Tambahkan 5 sampai 10 tetes larutan indikator campuran, dan kocok atau putar labu. Jika warna menjadi biru-violet atau merah, tambahkan HNO_3 (3 + 997) tetes demi tetes sampai warna berubah menjadi kuning. Tambahkan 1 mL asam berlebih. Jika warna kuning atau jingga terbentuk segera tambahkan indikator campuran, tambahkan larutan NaOH (10 g/L) tetes demi tetes sampai warna berubah menjadi biru-violet; kemudian tambahkan HNO_3 (3 + 997) tetes demi tetes sampai warna berubah menjadi kuning dan selanjutnya tambahkan 1 mL asam berlebih (Catatan 4).

Catatan 4 :

Keasaman larutan harus memenuhi pH dari 3,0 sampai 3,5. pH meter elektronik yang digunakan untuk mengukur keasaman tidak dapat digunakan untuk penentuan klorida, karena kalomel yang terdapat dalam elektroda dapat menyebabkan kesalahan akibat kontaminasi klorida. Untuk penyesuaian pH yang tepat dari contoh uji dengan konsentrasi klorida yang rendah, pengukuran alat dapat dibuat pada satu contoh uji larutan untuk menentukan perawatan lain yang dibutuhkan untuk uji klorida.

- 7.6.3 Titrasi larutan dan blanko dengan 0,025 N larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ sampai berwarna biruviolet, sebagaimana dilihat dengan sinar transmisi, menembus seluruh larutan (catatan 5). Catat jumlah mililiter larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ yang ditambahkan pada masing-masing contoh uji.

Catatan 5 :

Penggunaan indikator yang dimodifikasi dan adanya ion logam berat dapat merubah warna larutan tanpa mempengaruhi ketelitian. Sebagai contoh, larutan yang mengandung aiphazurine dapat menjadi biru terang dalam keadaan netral, ungu keabu-abuan dalam keadaan basa, biru-hijau dalam keadaan asam, dan biruviolet pada akhir titrasi klorida. Larutan yang mengandung sekitar 100 mg/l, ion nikel dan campuran indikator normal adalah ungu dalam keadaan netral, hijau dalam keadaan asam, dan abu-abu pada akhir titrasi klorida. Ketika digunakan metode pengujian ini untuk contoh uji yang mengandung ion berwarna atau yang membutuhkan indikator yang dimodifikasi, dianjurkan bahwa operator menjadi terbiasa dengan perubahan warna tertentu dalam percobaan dengan larutan yang dipersiapkan sebagai standar pembanding untuk pengaruh warna.

- 7.6.4 Apabila ion kromat ada tanpa mengandung besi dan konsentrasi kurang dari 100 mg/L, gunakan campuran indikator aiphazurine yang dimodifikasi (catatan 1), lalu asamkan contoh uji seperti diuraikan dalam butir 7.6.2 tetapi sampai pH 3 seperti ditunjukkan oleh kertas pH. Titrasi larutan seperti diuraikan dalam butir 7.6.3, tetapi untuk warna keungu-unguan pada akhir titrasi.
- 7.6.5 Apabila terdapat ion kromat tanpa kandungan besi dengan konsentrasi lebih besar dari 100 mg/L, tambahkan 2 mL larutan hidrokuinon segar. Lakukan proses sesuai butir 7.6.2 dan 7.6.3.
- 7.6.6 Apabila terdapat ion besi tanpa atau dengan ion kromat, gunakan contoh uji yang mengandung tidak lebih dari 2,5 mg ion besi atau ion besi ditambah ion kromat. Tambahkan 2 mL larutan hidrokuinon segar. Lakukan proses sesuai butir 7.6.2 dan 7.6.3.
- 7.6.7 Apabila larutan mengandung ion sulfat, tambahkan 0,5 mL H_2O_2 sampai 50 mL ke dalam labu Erlenmeyer, aduk selama 1 menit. Lakukan proses sesuai butir 7.6.2

dan 7.6.3.

7.7 Perhitungan

Hitung konsentrasi ion klorida, dalam miligram per liter, dalam contoh uji asli sebagai berikut :

$$\text{Klorida} = [(V_1 - V_2) \times N \times 35453] / S \dots\dots\dots (\text{mg/L})$$

dengan:

V_1 adalah larutan standar $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ yang digunakan untuk titrasi contoh uji, mL

V_2 adalah larutan standar $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ yang digunakan untuk titrasi blanko, mL

N adalah normalitas larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$

S adalah contoh uji yang digunakan dalam butir 7.6.1, mL

7.8 Ketelitian dan Penyimpangan

7.8.1 Ketelitian - Ketelitian metode pengujian ini dapat ditentukan sebagai berikut

S_T adalah $0,023X + 0,43$

S_o adalah $0,002X + 0,46$

dengan :

S_T adalah Ketelitian secara keseluruhan, mg/L

S_o adalah Ketelitian operator - tunggal, mg/L

X adalah Konsentrasi ion klorida yang ditentukan

7.8.2 Penyimpangan - Jumlah klorida yang ditemukan dari jumlah yang diketahui adalah sebagai berikut:

Jumlah yang ditambahkan mg/L	Jumlah yang Ditemukan mg/L	$\pm\%$ penyimpangan	Kesimpulan secara statistik {95% tingkat kebenaran}
250	248	- 0,80	tidak
80	79,3	- 0,88	tidak
8	7,51	-6,13	ya

7.8.3 Penjelasan : butir 7.8.1 dan 7.8.2 didapat dari hasil pengujian lima laboratorium dengan 7 operator. Walaupun tidak secara jelas disyaratkan dalam laporan, susunan matrik dianggap sebagai pereaksi air Tipe II. Dari tujuh set data yang disusun sebagaimana dijelaskan dalam Tata Cara ASTM D 2777, tidak satupun ditolak, atau dianggap tidak berlaku. Tiga tingkatan contoh uji dikerjakan dalam waktu tidak kurang dari tiga hari. Metode "Kuadrat Terkecil" digunakan untuk menentukan pernyataan ketelitian, yang mempunyai korelasi 0,7394 untuk S_o dan

0,9993 untuk S_T .

- 7.8.4 Analis bertanggung jawab untuk menjamin kebenaran metode pengujian ini untuk matrik lain yang tidak diuji.
- 7.8.5 Ketelitian dan penyimpangan metode pengujian ini sesuai dengan Tata Cara ASTM D 2777 - 77, yang berlaku pada waktu pengujian bersamaan dengan toleransi yang diperbolehkan dalam 1,5 Tata Cara ASTM D 2777 - 86, ketelitian dan penyimpangan data memenuhi persyaratan dari studi antar laboratorium.

8 Metode Pengujian B - Titrasi Dengan Perak Nitrat

8.1 Ruang Lingkup

- 8.1.1 Metode pengujian ini terutama dimaksudkan untuk air yang mengandung kadar klorida 5 mg/L atau lebih, dan kendala seperti warna atau konsentrasi yang tinggi dari ion-ion yang dinyatakan sebagai logam berat, yang tidak dapat dilaksanakan dengan Metode Pengujian A.
- 8.1.2 Walaupun tidak ditentukan dalam laporan, pernyataan kebenaran dan penyimpangan diperoleh dengan penggunaan pereaksi air Tipe H. Analis bertanggung jawab untuk menjamin ketelitian metode pengujian ini untuk matrik yang tidak diuji.
- 8.1.3 Metode pengujian ini berlaku untuk rentang konsentrasi ion klorida 8,0 sampai 250 mg/L.

8.2 Ringkasan Metode Pengujian

Air yang diatur Sampai mendekati pH 8,3 dan mengandung indikator kalium khromat, dititrasi dengan larutan perak nitrat. Titik akhir titrasi ditunjukkan oleh kestabilan warna merah bata dari perak khromat.

8.3 Kendala

Bromida, Iodida, dan sulfida dititrasi dengan klorida. Ortrophosphat dan poliphosphat mengganggu jika konsentrasi masing-masing melebihi 250 dan 25 mg/L. Sulfit dan warna yang tidak diinginkan atau bahan pengotor harus dihilangkan. Senyawa-senyawa yang mengendap pada pH 8,3 (khususnya hidroksida) dapat menyebabkan kesalahan akibat oklusi (penempelan pada permukaan zat).

8.4 Pereaksi

8.4.1 Hidrogen Peroksida (30% H_2O_2).

8.4.2 Larutan Indikator Phenolphthalein (10 g/L) - Buat sesuai Metode E 200.

8.4.3 Larutan Indikator Kalium Khromat - Larutkan 50 g kalium khromat (K_2CrO_4) dalam 100 mL air, dan tambahkan perak nitrat (AgNO_3) sampai dihasilkan endapan agak merah. Diamkan larutan, lindungi dari cahaya, selama minimal 24 jam setelah penambahan AgNO_3 . Kemudian saring larutan untuk menghilangkan endapan, dan encerkan dengan air sampai volume 1 L.

8.4.4 Larutan Standar, Perak Nitrat (0,025 N) - Haluskan kira-kira 5 g kristal perak nitrat (AgNO_3) dan keringkan sampai mencapai berat konstan pada temperatur 40 °C. Larutkan 4,2473 g dari pecahan kristal kering dalam air dan encerkan sampai volume 1 L. Standarkan terhadap larutan standar NaCl, menggunakan prosedur yang diuraikan dalam butir 8.5.

8.4.5 Larutan Standar, Natrium Klorida (0,025 N) - Buat sesuai butir 7.5.3

8.4.6 Larutan Natrium Hidroksida (10 g/L) - Buat sesuai butir 7.5.4.

8.4.7 Asam Sulfat (1+19) - Tambahkan dengan hati-hati 1 volume asam sulfat (H_2SO_4 , berat jenis 1,84) ke dalam 19 volume air, sambil diaduk.

8.5 Prosedur

8.5.1 Tuangkan kira-kira 50 mL contoh uji yang mengandung tidak lebih dari 20 maupun kurang dari 0,25 mg ion klorida, ke dalam suatu cawan porselen putih (lihat catatan 6). Jika mengandung ion-ion sulfat, tambahkan 0,5 mL hidrogen peroksida (H_2O_2) ke dalam contoh uji, aduk, dan diamkan selama 1 menit. Jika diperlukan, encerkan dengan air sampai kira-kira 50 mL. Atur pH pada titik akhir titrasi dengan phenolphthalein (pH 8,3), menggunakan H_2SO_4 , (1+19) atau larutan NaOH (10 g/L).

Catalan 6 :

Cawan porselen putih kapasitas 80 ml, batang pengaduk 2,51 cm, dan pengaduk magnetik dapat digunakan untuk tujuan ini.

8.5.2 Tambahkan kira-kira 1,0 mL larutan indikator kalium kromat (K_2CrO_4) dan aduk. Tambahkan larutan standar AgNO_3 tetes demi tetes dari sebuah buret kapasitas

25 mL sampai warna merah bata (atau pink) merata dalam contoh uji bila disinari dengan lampu kuning atau dilihat dengan kacamata kuning.

- 8.5.3 Ulangi prosedur yang diuraikan dalam butir 8.5.1 dan 8.5.2, dengan menggunakan secara tepat setengah contoh uji semula, encerkan dengan air sampai 50 mL.
- 8.5.4 Jika volume titran yang digunakan dalam butir 8.5.3 adalah setengah dari yang digunakan dalam proses titrasi larutan dalam butir 8.5.1, lanjutkan ke bagian perhitungan. Jika tidak, maka terdapat ion pengganggu yang berarti dan harus dibuat kompensasi; sebagai alternatif adalah menggunakan metode lain.
- 8.6 Perhitungan
Hitung konsentrasi ion klorida dalam contoh uji semula, dalam miligram per liter sebagai berikut :

$$\text{Klorida} = \frac{[V_1 - V_2] \times N \times 70\,906}{S} \dots\dots\dots (\text{mg/L})$$

dengan:

- V_1 adalah Volume larutan standar Ag NO_3 yang ditambahkan dalam proses titrasi contoh uji, disiapkan dalam butir 8.5.1, mL
- V_2 adalah Volume larutan standar Ag NO_3 yang ditambahkan dalam proses titrasi contoh uji, disiapkan dalam butir 8.5.3, mL
- N adalah Normalitas larutan standar Ag NO_3
- S adalah Contoh uji semula dalam 50 ml, bahan uji yang disiapkan dalam butir 8.5.1, mL.

8.7 Ketelitian dan Penyimpangan

- 8.7.1 Ketelitian - Ketelitian metode pengujian ini dapat dinyatakan sebagai berikut :

S_r adalah $0,013 X + 0,70$

S_o adalah $0,007 X + 0,53$

dengan:

S_r adalah Ketelitian seluruhnya, mg/L

S_o adalah Ketelitian operator-tunggal, mg/L, dan

X adalah Konsentrasi ion klorida yang ditemukan.

- 8.7.2 Penyimpangan - Jumlah klorida yang ditemukan dari jumlah yang diketahui adalah sebagai berikut :

Jumlah yang ditambahkan mg/L.	Jumlah yang Ditemukan mg/L.	±% penyimpangan	Kesimpulan secara statistik {95% tingkat kebenaran}
250	248	- 0,80	ya
80	79,1	- 1,13	ya
8	7,77	-2.88	ya

- 8.7.3 Penjelasan : dalam butir 8.7.2 didapat dari hasil pengujian 6 laboratorium dengan sepuluh operator. Walaupun tidak secara jelas disyaratkan dalam laporan, matrik dianggap sebagai pereaksi air tipe II. Dari sepuluh set data yang disusun sebagaimana dijelaskan dalam Tata Cara ASTM D 2777, tidak satupun ditolak atau dianggap tidak berlaku. Tiga tingkatan contoh uji dikerjakan dalam waktu tidak kurang dari tiga hari. Metode "Kuadrat Terkecil".digunakan untuk menentukan pernyataan ketelitian, yang mempunyai korelasi 0,9959 untuk S_o dan 0,9940 untuk S_T .
- 8.7.4 Analis bertanggung jawab untuk menjamin kebenaran metode pengujian ini untuk matrik lain yang tidak diuji.

9 Metode Pengujian C - Elektroda Selektif Ion

9.1 Ruang Lingkup

- 9.1.1 Metode pengujian ini digunakan untuk mengukur ion klorida dalam air alam, air minum, dan air limbah.
- 9.1.2 Contoh-contoh uji yang mengandung 2 sampai 1000 mg/L ion klorida dapat dianalisis dengan metode pengujian ini. Rentang konsentrasi dapat diperluas dengan mengencerkan suatu larutan yang tepat sebelum penambahan penyesuai kekuatan ion.
- 9.1.3 Ketelitian dan penyimpangan didapat dengan menggunakan pereaksi air.dan matrik air yang dipilih termasuk air alam dan air limbah. Menjadi tanggung jawab analis untuk menentukan kebenaran metode pengujian untuk matrik yang dianalisis.

9.2 Ringkasan Metode Pengujian

- 9.2.1 Ion klorida yang diukur dengan cara potensiometri menggunakan elektroda selektif ion klorida yang dihubungkan dengan sebuah penghubung ganda, tipe lengan elektroda pembanding. Potensial dibaca menggunakan pengukur pH yang dilengkapi skala milivolt, atau pengukur ion selektif yang memiliki skala konsentrasi secara langsung untuk klorida.

- 9.2.2 Elektroda-elektroda dikalibrasi dengan larutan klorida yang diketahui dan konsentrasi dari larutan yang tidak diketahui ditentukan dengan cara yang sama. Contoh uji dan standar harus berada dalam temperatur yang sama.
- 9.2.3 Larutan standar dan contoh uji diencerkan dengan penyesuai kekuatan ion yang juga mengurangi kemungkinan gangguan seperti amonia, bromida, iodida, sianida, atau sulfida.

9.3 Kendala

Tidak terdapat kendala bila sulfida sampai 500 mg/L sulfida, bromida sampai 1000 mg/L atau iodida, sianida lebih dari seratus kali terhadap klorida, atau amonia sampai 1000 mg/L.

9.4 Peralatan

- 9.4.1 Pengukur pH, yang dilengkapi skala milivolt. Metode pengujian ini dapat disesuaikan dengan menggunakan pengukur selektif ion.
- 9.4.2 Elektroda Selektif Ion Klorida, yang memiliki membran kurang peka perak klorida (AgCl). Tidak semua elektroda selektif ion klorida sesuai untuk metode pengujian ini, karena penyesuai kekuatan ion tidak sesuai dengan beberapa membran. Dalam hal tertentu membran perak klorida/perak sulfida tidak sesuai, karena sulfida dapat teroksidasi oleh penyesuai kekuatan ion.
- 9.4.3 Elektroda Pembanding Tipe Lengan dengan Penghubung Ganda, menggunakan larutan yang disiapkan sesuai butir 9.5.4 sebagai larutan pengisi sebelah luar.

Catatan 7 :

Tipe lain dari penghubung elektroda ganda dapat sesuai, tetapi data pendukung pada metode pengujian ini hanya mencerminkan tips yang dianjurkan.

- 9.4.4 Pengaduk, magnetik, dengan sebuah batang pengaduk yang terlapis TFE - fluorokarbon

9.5 Pereaksi

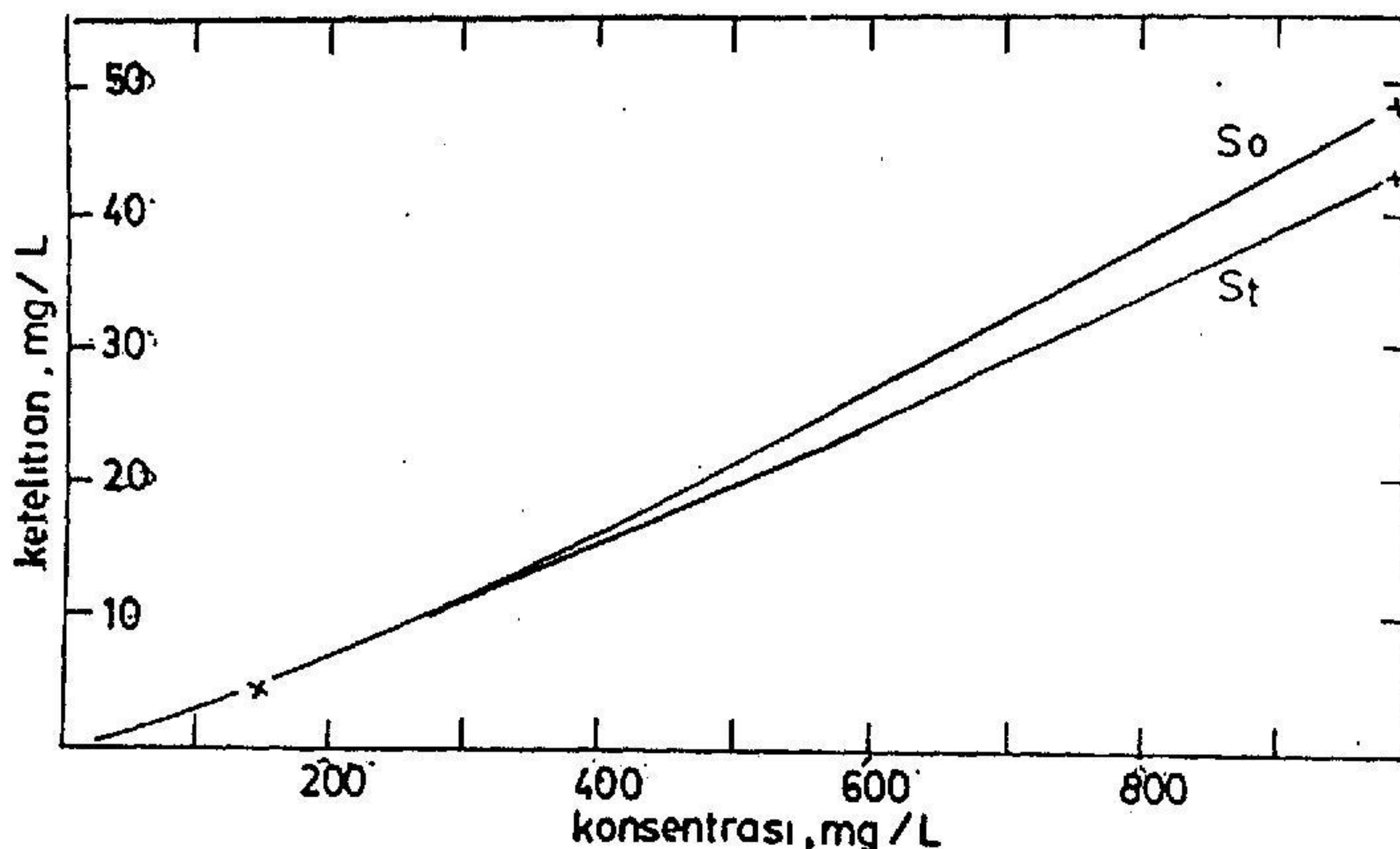
- 9.5.1 Penyesuai Kekuatan Ion Klorida (PKIK) Larutkan 15,1 gram natrium bromat dalam 800 mL air. Tambahkan 75 mL asam nitrat pekat (HNO_3 , berat jenis 1,42) (lihat catatan 8). Aduk secara sempurna. Encerkan dengan air sampai volumel L. Simpan PKIK dalam sebuah wadah polyetilen atau wadah gelas.

Catatan 8 :

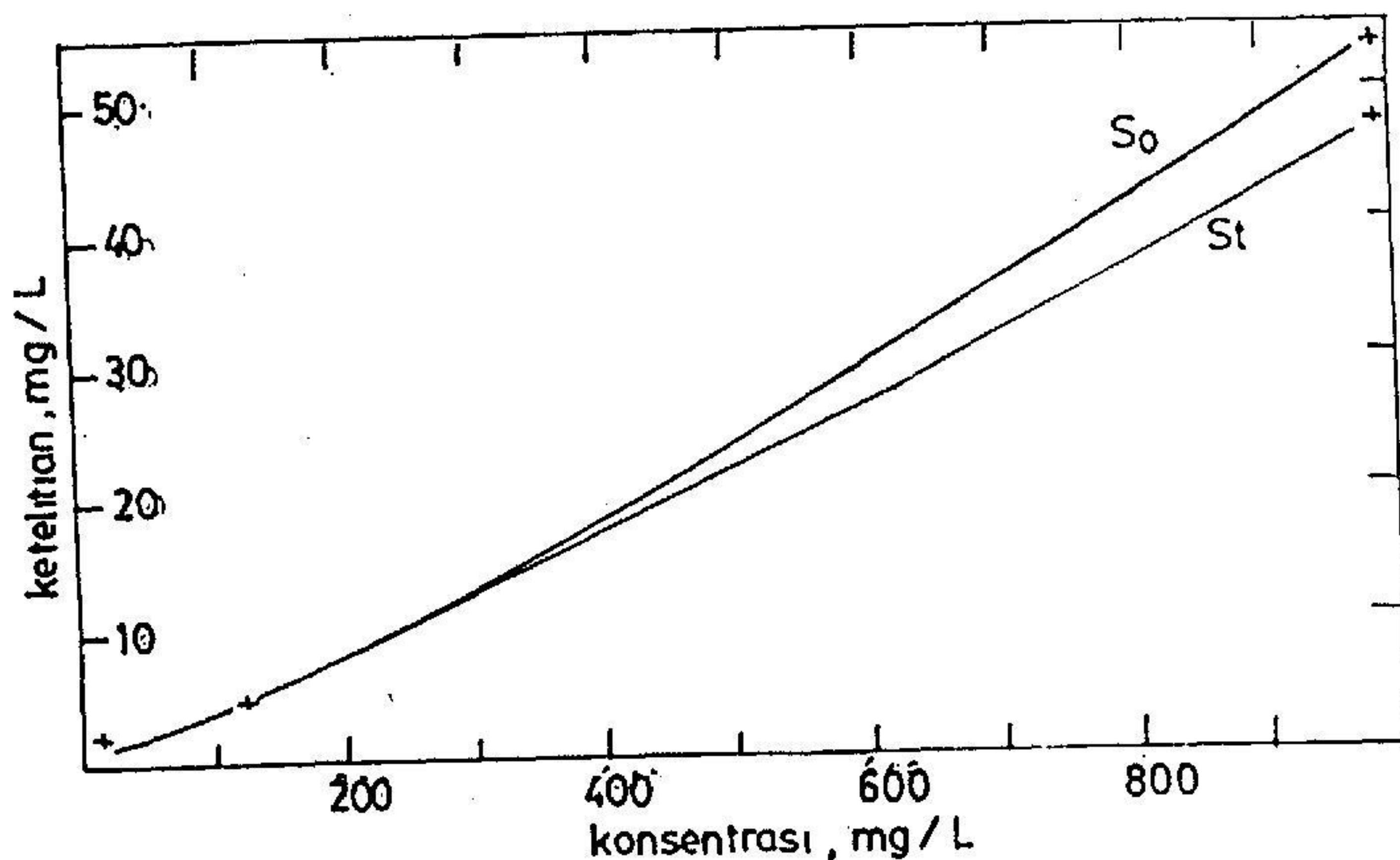
Untuk pengukuran klorida pada tingkat rendah (kurang dari 5 mg/L) asam nitrat yang digunakan tidak boleh mengandung lebih dari 0,005% klorida dan natrium bromat tidak boleh mengandung lebih dari 0,003% klorida. Pengujian kemurnian pereaksi terdapat dalam metode pengujian ini.

Peringatan - Natrium bromat adalah oksidan kuat dan harus ditangani dengan baik, juga perhatikan bahwa cara pembuatan dan pengenceran PKIK harus dilakukan dalam sebuah ruangan yang mempunyai ventilasi baik dan sebaiknya ruang asam.

- 9.5.2 Persediaan Larutan Klorida (1000 mg/L). Larutkan 1,648 gram natrium klorida yang telah dikeringkan selama 1 jam pada temperatur 600 ° C di dalam air, dalam sebuah labu ukur dan encerkan sampai volume 1 L.
- 9.5.3 Larutan Standar Klorida (100, 10, dan 1,0 mg/L) - Gunakan pipet volume, pindahkan 100, 10, dan 1,0 mL persediaan larutan klorida ke dalam masing-masing labu ukur kapasitas 1000 mL dan encerkan masing-masing dengan air sampai volume 1 L.
- 9.5.4 Larutan Pengisi Luar untuk Elektroda Pembanding Penghubung Ganda. Larutkan 1 volume PKIK (9.5.1) dengan 1 volume air.



Gambar I.
Ketelitian Antar Laboratorium Untuk Klorida Yang
Ditemukan Dalam Air Pereaksi (Elektroda Selektif Ion)



Gambar .2 Ketelitian Antar Laboratorium Untuk Klorida Yang Ditemukan Dalam Matrik Air Pilihan (Elektroda Selektif Ion)

Tabel 1. Penentuan Penyimpangan (Elektroda Selektif Ion)

	Jumlah yang ditambahkan, mg/L	Jumlah yang ditemukan, mg/L	Penyimpangan, \pm %	Kesimpulan secara statistik (95 % tingkat kebenaran)
Air Pereaksi	1,1	1,03	-6,4	tidak
	10	9,94	-0,6	tidak
	150	148,8	-0,8	tidak
Matrik Air	1000	992	-0,8	tidak
	1,1	1,04	-5,5	tidak
	10	10,24	+2,4	tidak
	150	146,0	-2,7	tidak
	1000	991	-0,9	tidak

9.6 Kalibrasi

- 9.6.1 Campurkan volume yang sama dari 1000 mg/L larutan standar klorida dan pereaksi PKIK. Lakukan hal yang sama untuk tiga standar lain.
- 9.6.2 Campurkan volume yang sama dari air dan pereaksi PKIK.
- 9.6.3 Tempatkan elektroda dalam larutan dari butir 27.2, aduk dengan baik, tunggu 3 sampai 5 menit dan catat pembacaan dalam milivolt. Larutan ini tidak mengandung klorida tambahan dan pembacaan potensialnya akan tidak stabil.
- 9.6.4 Bilas elektroda dengan baik hingga bersih. Tempatkan elektroda tersebut dalam 1 mg campuran ion klorida/L-PKIK dan aduk dengan baik. Tunggu 1 sampai 2 menit

dan catat hasilnya. Jika perbedaan pembacaan antara butir 27.3 dan butir 27.4 kurang dari 15 mV, berarti terdapat kontaminasi klorida pada pereaksi yang akan menyebabkan tingkat pembacaan rendah, dan harus diperoleh pereaksi yang lebih murni.

9.6.5 Bilas elektroda, tempatkan dalam campuran 10 mg ion klorida/L-PKIK dan aduk dengan baik. Tunggu sampai 1 menit dan catat hasilnya.

9.6.6 Ulangi butir 9.6.5 dengan 100 dan 1000 mg campuran ion klorida/L-PKIK.

9.6.7 Buatlah sebuah kurva kalibrasi diatas kertas grafik semi logaritma, gambarkan - pontensial yang diamati (pada skala linier) terhadap konsentrasi dari masing-masing standar yang digunakan (pada skala logaritma). Perhatikan bahwa koreksi volume termasuk dalam kalibrasi, sehingga contoh uji yang dianalisis sesuai dengan butir 28 dapat langsung dibaca.

9.7 Prosedur

9.7.1 Campur contoh uji dengan volume yang sama dari pereaksi PKIK, dan aduk merata selama 1 sampai 2 menit.

9.7.2 Masukkan elektroda, tunggu 1 sampai 2 menit dan catat hasilnya.

9.7.3 Baca konsentrasi klorida dari contoh uji dalam miligram/liter langsung dari kurva kalibrasi.

9.8 Ketelitian dan Penyimpangan

9.8.1 Ketelitian - Ketelitian secara keseluruhan dengan operator tunggal pada metode pengujian, dalam rentang yang ditetapkan, bervariasi dengan jumlah yang diuji, seperti yang ditunjukkan dalam gambar 1 untuk air pereaksi dan dalam gambar 2 untuk matrik air pilihan. Matrik tersebut meliputi air alam dan air limbah.

9.8.2 Penyimpangan - Sejumlah klorida yang ditemukan dari jumlah yang diketahui dari air pereaksi dan matrik air pilihan ditunjukkan dalam Tabel 1.

9.8.3 Keterangan yang terdapat dalam Tabel 1 diperoleh dari pengujian yang dilakukan dalam 5 laboratorium yang melibatkan 7 operator. Dari 7 data yang terdapat dalam Tata Cara ASTM D 2777, tidak ada yang ditolak dalam hal air pereaksi dan satu ditolak dalam hal matrik air pilihan. Delapan data luar dianggap tidak berlaku. Empat tingkatan contoh uji dilakukan dalam waktu 3 hari, dan blanko diperoleh

untuk air yang digunakan.

- 9.8.4 Menjadi tanggung jawab analis untuk menjamin kebenaran metode pengujian ini untuk matrik lain yang tidak diuji:
- 9.8.5 Ketelitian dan Penyimpangan metode pengujian ini sesuai dengan Tata Cara ASTM D 2777-77 yang berlaku pada waktu pengujian bersamaan. Dengan toleransi yang diperbolehkan dalam butir 1.5 Tata Cara ASTM D 2777-77, ketelitian dan penyimpangan data memenuhi persyaratan dari studi antar labotarium.



Lampiran A Daftar Istilah

Pereaksi	:	<i>reagent</i>
metode pengujian antar laboratorium	:	<i>round-robin testing</i>
metode kuadrat terkecil	:	<i>least squares method</i>
penempelan pada permukaan zat	:	<i>oklusi</i>
Penyesuai Kekuatan Ion Klorida (= CISA)	:	<i>PKIK</i>



Lampiran B

Daftar Nama dan Lembaga

1) **Pemrakarsa**

Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Prasarana Jalan, Badan Penelitian dan Pengembangan Permukiman dan Pengembangan Wilayah.

2) **Penyusun**

NAMA	LEMBAGA
Ir. Nana Sumarna Ir. N. Retno Setiati	Pusat Litbang Teknologi Prasarana Jalan Pusat Litbang Teknologi Prasarana Jalan









BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id